

# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/002594

International filing date: 18 February 2005 (18.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP  
Number: 2004-046090  
Filing date: 23 February 2004 (23.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 14 April 2005 (14.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland  
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

21.02.2005

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 4 年 2 月 2 3 日

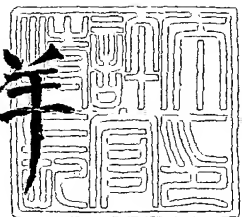
出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 4 6 0 9 0  
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 4 6 0 9 0]

出 願 人  
Applicant(s): 東邦チタニウム株式会社

2 0 0 5 年 3 月 3 1 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川 洋



【書類名】 特許願  
【整理番号】 P11250  
【提出日】 平成16年 2月23日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 C01G 23/02  
【発明者】 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 東邦チタニウム株式会社内  
    【住所又は居所】 深澤 英一  
    【氏名】  
【発明者】 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 東邦チタニウム株式会社内  
    【住所又は居所】 荒井 文人  
    【氏名】  
【発明者】 千葉県富津市新富 20-1 新日本製鐵株式会社内  
    【住所又は居所】 斎藤 俊明  
    【氏名】  
【特許出願人】 390007227  
    【識別番号】 東邦チタニウム株式会社  
    【氏名又は名称】 野上 一治  
    【代表者】  
【代理人】 100096884  
    【識別番号】 末成 幹生  
    【弁理士】  
    【氏名又は名称】  
【手数料の表示】 053545  
    【予納台帳番号】 21,000円  
    【納付金額】  
【提出物件の目録】 特許請求の範囲 1  
    【物件名】 明細書 1  
    【物件名】 図面 1  
    【物件名】 要約書 1  
    【物件名】  
    【包括委任状番号】 9704300

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

チタン鉱石とコークスからなる原料に塩素ガスを供給し、この塩素ガスで前記原料を流動しながら塩素化することにより四塩化チタンを製造する四塩化チタンの製造装置において、

前記原料が前記塩素ガスにより塩素化される塩化炉と、

この塩化炉内に配設されるとともに、前記原料に対して塩素ガスを分散して供給するための分散盤とを備え、

この分散盤は、セラミック材料からなる固体粒子の充填層を備えたことを特徴とする四塩化チタンの製造装置。

**【請求項 2】**

前記セラミック材料は、窒化ケイ素、アルミナ、およびシリカのうちの少なくとも 1 種であることを特徴とする請求項 1 に記載の四塩化チタンの製造装置。

**【請求項 3】**

前記シリカは、熔融シリカであることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の四塩化チタンの製造装置。

**【請求項 4】**

前記セラミック材料の固体粒子の粒径は、5～100 mmであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の四塩化チタンの製造装置。

**【請求項 5】**

前記セラミック材料の固体粒子の密度は、1～5 g/cm<sup>3</sup>であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の四塩化チタンの製造装置。

**【請求項 6】**

前記分散盤は、多数の孔を有する多孔質板を備え、この多孔質板を通じて前記塩素ガスが前記充填層に導かれることを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の四塩化チタンの製造装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】四塩化チタンの製造装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、塩化炉内において、チタン鉱石とコークスからなる原料（以下、単に「原料」と呼ぶ場合がある。）に塩素ガスを供給しその原料を塩素ガスで流動（以下、流動状態にある原料を単に「流動層」と呼ぶ場合がある。）させながら塩素化することにより四塩化チタンを製造する四塩化チタンの製造装置に係り、特に、塩化炉底部に配設された分散盤の構造に関する。

【背景技術】

【0002】

四塩化チタンは、スポンジチタンや酸化チタンの製造工程で用いられ、電子材料の原材料として用いられる等広く使用されている。四塩化チタンは、分散盤が底部に配設された塩化炉を備えた装置で製造される。

【0003】

このような四塩化チタンの製造装置では、塩化炉の側部に設けられた供給口から分散盤の直上に形成された流動層中に原料が供給され、塩素ガスは塩化炉の底部から分散盤を通じて流動層中に導入される。原料中のチタン鉱石は、流動層内で塩素ガスと接触し塩素化されることにより四塩化チタンガスになる。

【0004】

塩素化反応で生成した四塩化チタンガスは、塩化炉の頂部から排出されて冷却工程に入り、そこで鉱石と反応して副生した不純物ガスが分離される。不純物ガスが分離された四塩化チタンガスは更に沸点以下まで冷却されて液状四塩化チタンとして回収される。

【0005】

上記のような分散盤としては、特許文献1に開示されているような化学装置に使用され、多数の通気孔を備えた形式のもの（以下、「ノズルタイプ」と呼ぶ）と、自然石英からなる複数の固体粒子により充填された充填層を備えた形式（以下、「充填層タイプ」と呼ぶ）とがある。

【0006】

【特許文献1】特開平10-180084号

【0007】

ノズルタイプの分散盤では、塩素ガスを噴出させる通気孔に不純物が付着した場合、その不純物によって塩素ガスの分散が不均一となるため、塩素ガスと原料との反応が充分に行われないことがあった。これに対して、充填層タイプの分散盤では、ノズルタイプのような不純物による通気孔の閉塞という問題が起こらないので、充填層タイプはノズルタイプに比べて実用的である。

【0008】

しかしながら、充填層タイプの分散盤では、使用を重ねていくと、充填層を構成する自然石英が塩素ガスにより損耗消失するため、分散盤による塩素ガスの分散作用が劣化し、塩素ガスの分散状態が塩化炉内において均一でなくなる。このため、上記のような原料の流動状態を安定させることができなくなるとともに、原料と反応しない未反応塩素ガスの塩化炉からのリーク量が増大していた。

【0009】

このように四塩化チタンを長期間にわたって安定的かつ効率的に製造することができる塩素ガスの分散盤が望まれていた。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

したがって、本発明は、塩素ガスを分散させる分散盤の耐久性を向上させることができる、これにより四塩化チタンを長期間にわたって安定的かつ効率的に製造することができる

四塩化チタンの製造装置を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明の四塩化チタンの製造装置は、チタン鉱石とコークスからなる原料に塩素ガスを提供し、この塩素ガスで原料を流動させながら塩素化することにより四塩化チタンを製造する製造装置であって、内部において原料が塩素ガスにより塩素化される塩化炉と、塩素ガスを分散して供給するための分散盤とを備え、この分散盤は、セラミック材料からなる固体粒子が充填された構造を有してなることを特徴としている。

【0012】

本発明の四塩化チタンの製造装置では、塩化炉に設けられる分散盤の充填層を構成する固体粒子がセラミック材料からなるので、装置の使用を重ねても、分散盤が塩素ガスにより損耗損失することを防止することができ、これにより耐久性を向上させることができる。よって、分散盤による塩素ガスの分散作用が劣化することを防止することができるので、原料からなる流動層に対する塩素ガスの均一な分散状態を長期間にわたり保持することができる。

【0013】

したがって、塩素ガスによって原料の流動状態を安定させることができる。また、原料と反応しない未反応塩素ガスの発生を防止することができる。その結果、四塩化チタンを長期間にわたって安定的かつ効率的に製造することができる。

【0014】

本発明に用いる分散盤は種々の構成を用いることができる。たとえば、多数の孔を有する多孔質板を備え、この多孔質板を通じて塩素ガスを充填層に供給するのが好適である。このような多孔質板を通じて塩素ガスを充填層に供給することにより、塩素ガスを充填層に対して均一に供給することができ、これによって塩素ガスを原料からなる流動層内により効率よく分散供給することができる。

【発明の効果】

【0015】

本発明の四塩化チタンの製造装置によれば、塩化炉に設けられる分散盤の充填層を構成する固体粒子がセラミック材料からなるので、装置の使用を重ねても塩素ガスにより損耗損失することを防止することができ耐久性を向上させることができる等の効果が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

(1) 実施形態の構成

以下、本発明の一実施形態について図面を参照して説明する。図1は、本発明の一実施形態に係る四塩化チタンの製造装置に適用される塩化炉Aの概略構成を示す側断面図である。図2は、塩化炉Aの底部に設けられる分散盤Bの概略構成を示す拡大断面図である。

【0017】

塩化炉Aの頂部には、内部で生成された四塩化チタンガスを含むガスを排出する排出管2が設けられている。塩化炉Aの側部には、塩化炉Aの流動層4に原料（図示略）を供給する供給口3が形成されている。塩化炉Aの底部には、分散盤Bが取り付けられており、その直上部にチタン鉱石とコークスから構成された流動層4が形成される。

【0018】

分散盤Bは、その底部を構成するウインドボックス11を備え、ウインドボックス11には、そこに塩素ガスを供給するためのノズル11Aが設けられている。ウインドボックス11の縁部には、分散盤Bの側部を構成するケーシング12が設けられ、ケーシング12の下面にはフランジ10が形成されている。このフランジ10を介して分散盤Bは塩化炉Aの底部に接続されている。

【0019】

ウインドボックス11とケーシング12との間には、ウインドボックス11の開口を覆

うようにして、多数の孔を有する多孔質板 13 が設けられている。多孔質板 13 の上には、ケーシング 12 の内側を埋めるようにして、セラミック材料からなる固体粒子（以下、「セラミック粒子」と略称する）が充填された構成を有する充填層 14 が形成されている。

#### 【0020】

このような分散盤 B を通じて分散盤 B の上部に形成された流動層 4 に塩素ガスが分散されて供給される。これにより、原料が塩素ガスによって塩化炉 A の上方に向かって浮遊し流動する。

#### 【0021】

ウインドボックス 11、ケーシング 12 および多孔質板 13 は、分散盤 B が塩素ガスを分散して供給することができる程度の強度を有する材料から構成され、たとえば一般的な分散盤で使用される炭素鋼あるいはステンレス鋼により構成されている。

#### 【0022】

多孔質板 13 の孔の大きさは、塩素ガスを分散させるために必要な圧力損失から規定される。多孔質板 13 の孔の個数は適宜選択するようにし、たとえば 2 m 程度の直径を有する分散盤 B に適用する場合には、50～100 個程度とする。このような多孔質板 13 を用いることにより、ノズル 11A から供給される塩素ガスを充填層 14 に対して均一に供給することができる。

#### 【0023】

充填層 14 は、酸化物や窒化物等、あるいはこれら材料の複合物等のセラミック粒子から構成されている。上記材料としては、塩素ガスとの反応し難い、アルミナ、あるいは石英が好適である。

#### 【0024】

さらに、シリカとして熔融シリカを用いることがより好適である。熔融シリカは、高温で熔融処理されているため、耐熱性において他の材料よりも優れているので、装置の運転中に充填層 14 が損耗損失して粉化することを抑制することができる。

#### 【0025】

上記セラミック粒子の粒径は、5～100 mm が好ましく、10～50 mm であることが更に好ましい。これは、粒径が小さくなるに従って、充填層 14 から排出される塩素ガスの気泡径が微細になるが、粒径が 10 mm 未満であると、流動層 4 中に巻き込まれて散逸するからである。

#### 【0026】

一方、粒子径が大きくなるに伴い、とりわけ粒子径が 50 mm を超えると、充填層 14 から排出される塩素ガスの気泡径が大きくなり、分散盤 B の直上に形成された流動層 4 中に原料の分散状態が劣化する虞が生じるからである。したがって、セラミック粒子の粒径を 10～50 mm とすることにより、塩素ガスを原料に対して効率よく分散させることができる。

#### 【0027】

セラミック粒子の密度は、 $1 \sim 5 \text{ g/cm}^3$  であることが好適である。これは、密度が  $1 \text{ g/cm}^3$  未満であると、セラミック粒子が、塩素ガスの流れに乗って分散盤 B の直上に形成された流動層 4 中に紛れ込みやすくなるからである。

#### 【0028】

一方、密度が  $5 \text{ g/cm}^3$  以上であると、分散盤 B を構成する多孔質板 13 に及ぼす荷重が大きくなり変形を助長する虞があるからである。

#### 【0029】

セラミック粒子の形状は、特に限定されるものではなく、球状や平板状等を採用することができる。また、塊状のセラミック材料を粉碎して得られる不定形のセラミック粒子を使用することも可能である。また、セラミック粒子のケーシング 12 への充填に際して、セラミック粒子を多孔質板 13 上で一様になるように振り分けて、ケーシング 12 の頂部まで敷き詰めるよう配置することが好ましい。

**【0030】**

この場合、セラミック粒子の充填の際、粒子間に隙間がなくなるように分散盤Bの全体に振動を与え、充填密度を高めてもよい。このような振動を与えることにより、充填層14をより均一かつ高密度に形成することができ、これにより塩素ガスの分散状態をより均一に保持することができる。

**【0031】**

充填層14内を構成するセラミック粒子は、10～50mmの粒径を有していることが好ましく、充填層の上部には粒径の大きい粒子を、また下部には粒径の小さい粒子を配置することが好ましい。

**【0032】**

このようにセラミック粒子の配置をとることで充填層14を構成するセラミック粒子が流動層4に散逸して消費することを効果的に抑制できる。

**【0033】****(2) 実施形態の動作**

上記のような構成を有する分散盤Bでは、ノズル11Aから塩素ガスを導入すると、その塩素ガスが多孔質板13の孔を通り、セラミック粒子からなる充填層14内に供給される。そして、塩素ガスは、充填層14のセラミック粒子の間を通過することにより均一に分散される。均一分散された塩素ガスは、充填層14の直上に形成された流動層4内に供給される。

**【0034】**

この場合、本実施形態の充填層14はセラミック粒子から構成されているので、装置の使用を重ねても、充填層14が塩素ガスにより損耗損失が抑制され耐久性が向上する。よって、分散盤Bによる塩素ガスの分散作用の劣化を防止することができるので、分散盤Bの直上に形成された流動層4に対して塩素ガスの均一な分散状態を長期間にわたり維持することができる。

**【0035】**

特に、多孔質板13を通じて塩素ガスを充填層14に供給するので、塩素ガスを充填層14に対して均一に供給することができ、これによって塩素ガスを流動層4内に対してより均一に分散供給することができる。

**【0036】**

分散された原料は、塩素ガスによって塩化炉Aの上方に向かって浮遊し流動している間に、塩素ガスと反応することにより、四塩化チタンガスが生成される。そして、四塩化チタンガスは、塩化炉Aの頂部の排出管2から排出される。

**【0037】**

この場合、上記のように塩素ガスの均一な分散状態を長期間にわたり連続的に保持することができることから、塩素ガスによって原料の流動状態を安定させることができ、これにより原料と反応しない未反応塩素ガスの発生を防止することができる。これは未反応塩素ガスの発生が抑制されると塩素ロスが低減されて経済的である。

**【0038】**

なお、塩素ガスは、原料との反応によってその濃度が減少するが、四塩化チタンガスと共に一酸化炭素ガスおよび二酸化炭素ガスが生成するので、原料全体は、常に流動状態が保持される。

**【0039】**

以上のようにして本実施形態の四塩化チタンの製造装置では、四塩化チタンを長期間にわたって安定的かつ効率的に製造することができる。

**【0040】**

以上、実施形態を挙げて本発明を説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、種々の変形が可能である。たとえば、分散盤Bの形状や、多孔質板13の孔の形状等は、適宜設定して使用することができる。

**【実施例】**



## 【0041】

以下、具体的な実施例を参照して本発明をさらに詳細に説明する。

## (実施例)

分散盤の多孔質板の上に、ケーシングの内側を埋めるようにして、密度  $2.7 \text{ g/cm}^3$  の熔融シリカからなり、粒径  $10 \sim 50 \text{ mm}$  のセラミック粒子を一様になるように振り分けて、ケーシングの頂部まで敷き詰めることにより充填層を形成した。このような充填層が形成された分散盤を生産量が  $2700 \text{ t/月}$  である塩化炉に取り付け、その塩化炉を 18 ヶ月間運転した。運転終了後、分散盤の充填層を検査した結果、そこには異常が認められなかった。また、塩化炉を運転している間、その排気ガスのなかに未反応の塩素ガスは検出されなかった。

## 【0042】

## (比較例)

分散盤の充填層の材料として従来のような自然石英を使用した以外は上記実験例と同じ条件で塩化炉を運転した。その結果、使用開始から 12 ヶ月経過した頃から、塩化炉で生成された四塩化チタンガスを冷却する冷却系において未反応塩素ガスが、たびたび検知されるようになったため、運転を停止して分散盤の状態を確認した。その結果、運転当初分散盤の頂部まで敷き詰めてあった自然石英の約 50 % が消失していた。

## 【0043】

このような本実施例の結果から判るように、分散盤の充填層をセラミック粒子により構成したので、本発明で使用する分散盤は、従来の自然石英を用いる場合と比較して、高い耐久性を有することが確認された。

## 【産業上の利用可能性】

## 【0044】

本発明の四塩化チタンの製造装置により製造された四塩化チタンを金属チタン製造用の原料として用いることにより、高純度を有する金属チタンを効率よく製造することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0045】

【図 1】 本発明の一実施形態に係る四塩化チタンの製造装置に用いられる塩化炉の概略断面図である。

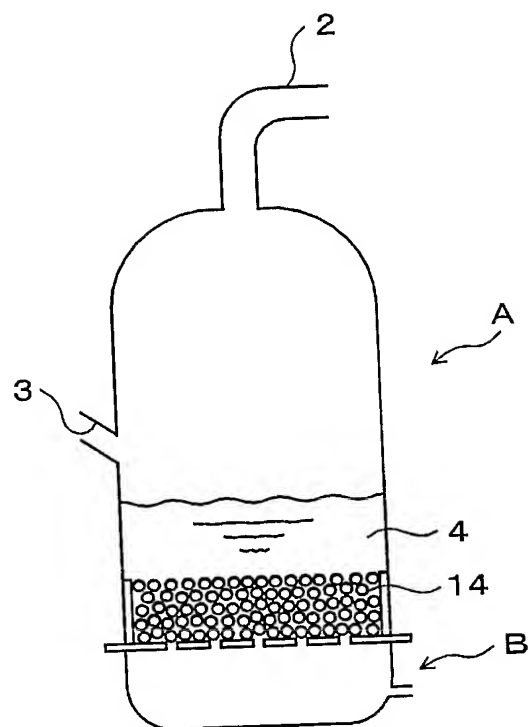
【図 2】 本発明の一実施形態に係る四塩化チタンの製造装置の塩化炉に用いられる分散盤の拡大断面図である。

## 【符号の説明】

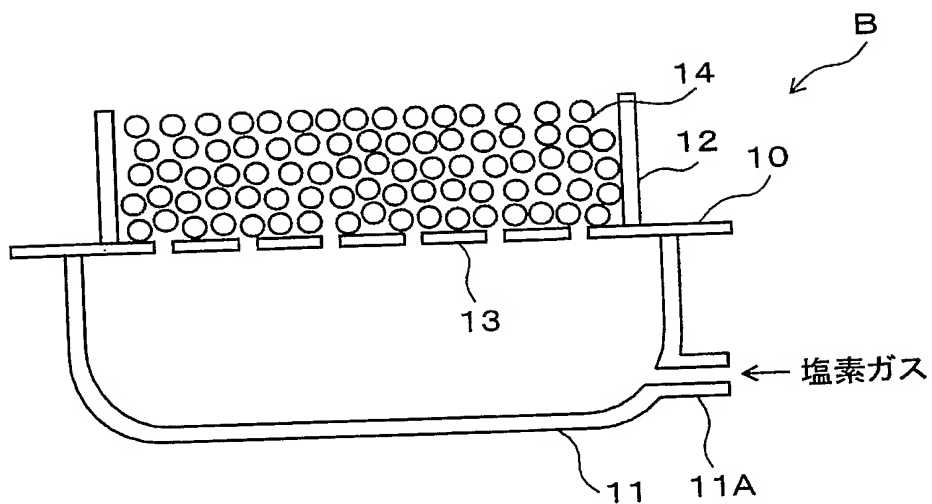
## 【0046】

A…塩化炉、4…流動層、B…分散盤、10…フランジ、11…ウインドボックス、11A…ノズル、12…ケーシング、13…多孔質板、14…充填層

【書類名】 図面  
【図 1】



【図 2】



## 【書類名】 要約書

## 【要約】

【課題】 四塩化チタンを長期間にわたって安定的かつ効率的に製造することができる四塩化チタンの製造装置を提供する。

【解決手段】 分散盤Bのウインドボックス11とケーシング12との間に多孔質板13が設けられている。多孔質板13の上には、ケーシング12の内側を埋めるようにして、溶融シリカ等のセラミック粒子が充填された構成を有する充填層14が形成されている。充填層14は、セラミック粒子により構成されるので、装置の使用を重ねても、分散盤Bが塩素ガスにより損耗損失することが防止され、耐久性が向上する。これにより、分散盤Bによる塩素ガスの分散作用が劣化することが防止されるので、チタン鉱石とコークスからなる流動層4に対して塩素ガスの均一な分散供給状態が長期間にわたり維持される。

【選択図】 図1

【書類名】 手続補正書  
【整理番号】 P11250  
【提出日】 平成17年 2月14日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【事件の表示】  
【出願番号】 特願2004- 46090  
【補正をする者】  
【識別番号】 390007227  
【氏名又は名称】 東邦チタニウム株式会社  
【代表者】 野上 一治  
【代理人】  
【識別番号】 100096884  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 末成 幹生  
【手続補正1】  
【補正対象書類名】 特許願  
【補正対象項目名】 発明者  
【補正方法】 変更  
【補正の内容】  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 東邦チタニウム株式会社内  
【氏名】 深澤 英一  
【発明者】  
【住所又は居所】 神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 東邦チタニウム株式会社内  
【氏名】 荒井 文人  
【その他】 特願 2004-046090 は、神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎 3-3-5 に所在の東邦チタニウム株式会社に勤務する深澤英一、荒井文人、千葉県富津市新富 20-1 に所在の新日本製鐵株式会社に勤務する斎藤俊明を発明者として出願された。しかしながら、この度、上記発明者のうち斎藤俊明は、上記出願に係る発明「四塩化チタンの製造装置」の完成に実質的に関与していないことが判明した。

特願 2 0 0 4 - 0 4 6 0 9 0

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 9 0 0 0 7 2 2 7 ]

1. 変更年月日

[変更理由]

住 所  
氏 名

1 9 9 4 年 7 月 5 日

住所変更

神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目 3 番 5 号

東邦チタニウム株式会社